

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-170678  
 (43)Date of publication of application : 24.07.1991

(51)Int.CI. C23C 16/44  
 B08B 7/00  
 H01L 21/205  
 H01L 21/304  
 H01L 21/31

(21)Application number : 01-310308 (71)Applicant : FUJITSU LTD  
 KYUSHU FUJITSU ELECTRON:KK  
 (22)Date of filing : 29.11.1989 (72)Inventor : KOTSURU HIDEAKI

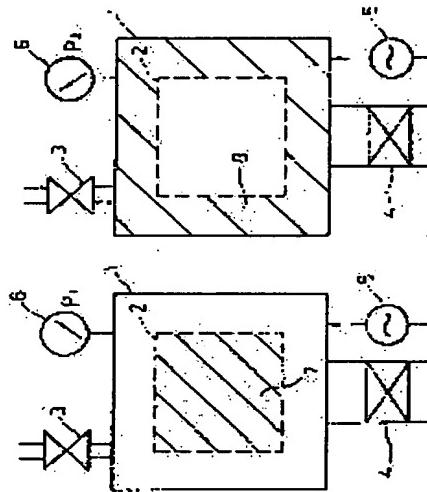
## (54) METHOD FOR CLEANING REACTION VESSEL

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To remarkably shorten the length of time necessary to clean a large-capacity reaction vessel by carrying out cleaning at two dissimilar pressures at the time of cleaning a reaction vessel by using a cleaning gas plasma.

**CONSTITUTION:** A cleaning gas is introduced into a large-capacity reaction vessel 1, and a plasma 7 of the cleaning gas is produced at a first pressure and etching is mainly applied, e.g. to an internal structure 2.

Subsequently, a plasma 8 is produced at a second pressure, and etching is mainly applied, e.g. to the internal wall of the reaction vessel 1 and the peripheral part of the above internal structure 2. By this method, the length of time necessary to clean the large-capacity reaction vessel 1 can be shortened, and cleaning can be carried out efficiently.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

BEST AVAILABLE COPY

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

平3-170678

⑬ Int.Cl.<sup>5</sup>

C 23 C 16/44  
B 08 B 7/00  
H 01 L 21/205  
21/304  
21/31

識別記号

3 4 1 D  
C

庁内整理番号

8722-4K  
7817-3B  
7739-5F  
8831-5F  
6940-5F

⑭ 公開 平成3年(1991)7月24日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全6頁)

⑮ 発明の名称 反応容器のクリーニング方法

⑯ 特願 平1-310308

⑰ 出願 平1(1989)11月29日

⑱ 発明者 小水流 英昭 鹿児島県薩摩郡入来町副田5950番地 株式会社九州富士通エレクトロニクス内  
⑲ 出願人 富士通株式会社 神奈川県川崎市中原区上小田中1015番地  
⑳ 出願人 株式会社九州富士通エレクトロニクス 鹿児島県薩摩郡入来町副田5950番地  
㉑ 代理人 弁理士 井桁 貞一 外2名

明 条

1. 発明の名称

反応容器のクリーニング方法

2. 特許請求の範囲

(1). 大容量の反応容器(1)にクリーニングガスを導入し、主として第1の圧力でクリーニングガスのプラズマ(7)を発生させてクリーニングを行う第1の工程と、

該大容量の反応容器(1)にクリーニングガスを導入し、主として該第1の圧力と異なる第2の圧力でクリーニングガスのプラズマ(8)を発生させてクリーニングを行う第2の工程とを有する反応容器のクリーニング方法。

3. 発明の詳細な説明

[概要]

大容量のプラズマCVD装置等の反応容器のクリーニング方法に関し、

効率良くプラズマCVD装置等の大容量の反

応容器をクリーニングすることのできる反応容器のクリーニング方法を提供することを目的とし、

大容量の反応容器にクリーニングガスを導入し、主として第1の圧力でクリーニングガスのプラズマを発生させてクリーニングを行う第1の工程と、該大容量反応容器にクリーニングガスを導入し、主として該第1の圧力と異なる第2の圧力でクリーニングガスのプラズマを発生させてクリーニングを行う第2の工程とを有するように構成する。

[産業上の利用分野]

本発明は化学気相堆積(CVD)装置等の反応容器のクリーニング方法に関し、特に大容量のプラズマCVD装置等の反応容器のクリーニング方法に関する。

最近、大量処理を目指した大容量の反応容器(チャンバー)を有するCVD装置等が出現している。ここに、大容量とは1辺が約50cmを超えるような大きさを言い、典型的には1辺ないし直径が1m程度ないしそれ以上のものである。

## 特開平3-170678(2)

## 〔従来の技術〕

化学気相堆積 (chemical vapor deposition, CVD) には熱によって原料ガスを分解・反応させる熱分解CVDとプラズマによって原料ガスを分解・反応させるプラズマCVDがある。

反応室ないしは膜生成室となるチャンバーにガス導入手段と排気手段が設けられ、原料ガス（および必要に応じて雰囲気ガス）を所定圧力導入し、熱またはプラズマによって分解・反応させ、基板上に膜を堆積させる。堆積させる膜は、たとえば多結晶シリコン（アモルファスシリコン）、シリコン酸化物 ( $\text{SiO}_2$ ないし  $\text{SiO}_x$ )、シリコン窒化物 ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ないし  $\text{SiN}_x$  または  $\text{SiN}$ )、シリコン酸化窒化物 ( $\text{Si}_x\text{N}_y$  または  $\text{SiON}$  ) 等である。

生成物は、ウェーハ、リードフレーム、半導体チップを搭載したリードフレーム等の基板（堆積の下地となるものを基板と呼ぶ）の上のみでなく、治具、チャンバー内壁等のチャンバー内部にも付着する。特に、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{SiN}$ 、 $\text{SiON}$ 等の付着は、

容量化すると、クリーニングガスを用いた従来のクリーニング方法でチャンバー全体をクリーニングすることがさらに困難になる。

## 〔発明が解決しようとする課題〕

以上説明したように、反応容器が大容量化すると、従来のクリーニング、ガスによるクリーニング方法でクリーニングを行うことは困難になった。

この点を解決するために、高周波電力を増大させたクリーニングや、クリーニングガスの流量を増大させたクリーニングを試みた。種々の変更、改良を試みたが、その結果は未だ満足できるものではなかった。

本発明の目的は、効率良く大容量反応容器をクリーニングすることのできるクリーニング方法を提供することである。

## 〔課題を解決するための手段〕

クリーニングガスのプラズマを用いたクリーニングにおいては、ガス圧によってクリーニング車

ある程度以上の厚さになるとフレーク状に剥離して基板上等にはらはらと落下する。このため、正常にCVDを行うためには適宜にチャンバー内部をクリーニングする必要がある。

アラズマCVD装置の場合、クリーニングは一般的にクリーニングガス、たとえば  $\text{CF}_4$ 、 $\text{SF}_6$ 、 $\text{C}_2\text{F}_6$ 、 $\text{NF}_3$  等をチャンバーに流し、プラズマを発生させてクリーニングを行う。アラズマ発生用電極は、チャンバーが小型の場合には、チャンバー外側に設けられたコイルの場合もあるが、大容量チャンバーの場合は、ほとんどチャンバー内に設けられている。

クリーニングガスを用いてアラズマCVD装置をクリーニングする場合、チャンバーの容量が大きくなると、クリーニングすべき対象面積が増大し、クリーニング能力が低下する。いわゆるローディング効果である。すなわち、チャンバーの容量が大きくなるにつれて、ローディング効果によりクリーニングタイムが増加する。このため、スループットが低下する。さらに、チャンバーが大

きい領域が変化することが分かった。ガス圧を変えてクリーニングを行うことによって、大容量の反応容器をクリーニングする。

第1図(A)、(B)は本発明の原理説明図である。図において、大容量の反応容器1は、治具や電極等の内部構造体2を収容し、ガス導入手段3、排気手段4を備えている。また、チャンバー1には13.56MHzのようなアラズマ発生用電源5と内部のガス圧を測定する圧力計6を備えている。

まず、クリーニングガスをガス導入手段3から導入し、圧力を第1の圧力にする。電源5から電力を供給して第1の圧力でのアラズマ7を発生させる。この第1の圧力でのアラズマは、たとえば内部構造体2を主としてエッティングするものである。

次に、クリーニングガスを導入して第2の圧力にする。電源5からアラズマ発生用電力を供給して第2の圧力でのアラズマ8を発生させる。この第2の圧力でのアラズマ8は、第1の圧力でのア

ラズマ7と異なるものであり、たとえば、チャンバー1の内壁から内部構造体2の周辺部を主としてエッティングするものである。

#### [作用]

ガス分子は、一定の圧力の下で一定の平均自由行程を有する。大容量の反応容器1が大容量化すると、チャンバー1の大きさが平均自由行程に比べて大きくなる。電極等は、内部構造体2内に盛りした基板上に堆積膜を生成するのに都合の良いように配置されている。クリーニング時に、ある圧力を選んでクリーニングガスによるクリーニングを行うと、堆積時とはほぼ同様な部分についてクリーニングを適性に行うことはできるが、チャンバー1が大きいと、チャンバー内壁等の離れた部分のクリーニングを効果的に行なうことが困難になる。ガス圧を変えると平均自由行程も変わり、クリーニングガスによるエッティング特性も変化する。チャンバー1の内壁を十分クリーニングできるような別の圧力を選んで、たとえばチャンバー1の

#### 特開平3-170678(3)

内壁から内部構造体2の周辺部までのクリーニングを行えば、第1の圧力でのクリーニングでは十分クリーニングできなかった部分がクリーニングできる

このように、主として少なくとも2つの異なる圧力でクリーニングを行うことによって、大容量の反応容器チャンバーのクリーニングを容易に行なうことが可能となる。

#### [実施例]

本発明の実施例を第2図(A)、(B)を参照して説明する。

まず、第2図(A)を参照すると、プラズマCVD装置は、大容量のチャンバー11を有し、その内に内部構造体12を収容している。内部構造体12は、接地電位24に接続された接地電極22と高周波電源15に接続された高周波電極23とを含む。基板搬用の治具は、これらの電極と一体化して設けても良いし、別体として設けても良い。チャンバー11には、第1のガスを導入す

る第1ガス導入口13および第2のガスを導入する第2ガス導入口21、および真空排気系14が接続されている。また、真空計16がチャンバー11内の圧力(真空度)をモニタする。

基板上に膜を生成する時は、原料ガスを、たとえば第2のガスとして導入口21より導入し、高周波電源15から電力を供給して接地電極22と高周波電極23との間に高周波電界を印加し、プラズマ17を発生させて基板上にCVD膜を堆積する。

チャンバー11の内壁等にCVD膜が堆積し、ある程度の厚さになった時には、以下のようにクリーニングを行う。

まず、チャンバー11を気密状態にして予備排気を行う。次に、クリーニングガスを、たとえば第1のガスとして導入口13から導入し、以下、高圧と呼ぶ堆積時と同等の圧力にする。高周波電源15から高周波電力を供給する。すると、接地電極22と高周波電極23との対向電極間に高周波電界が発生し、クリーニングガスがイオン化し、

プラズマ17が発生する。CVD生成時と同様に、内部構造体12を含む空間内に十分強いクリーニングガスのプラズマが発生すると、主として内部構造体12を含む領域がエッティングされる。

内部構造体12を含む領域をよくエッティングできる状態では、クリーニングガスのガス分子の平均自由行程は、チャンバー11の内壁に到達する程は十分大きくない。このため、チャンバー11の内壁に近い部分に堆積した膜はなかなかクリーニングされない。内部構造体12の部分のクリーニングが十分行われたならば、排気を行ってチャンバー11内を高い真空度にする。

次に、クリーニングガスを再び導入口13から導入し、前述の圧力よりも低い圧力である低圧に保つ。高周波電源15から接地電極22、高周波電極23間に高周波電力を供給し、電極間に高周波電界を発生させる。すると、低圧でのプラズマ18が発生する。このプラズマは、平均自由行程が長くなっているのでチャンバー11の内壁部分をよくクリーニングすることのできるプラズマで

## 特開平3-170678(4)

ある。すなわち、低圧においては、ガス分子の平均自由行程が長くなり、電極間でイオン化されたプラズマ分子がよくチャンバー11の内壁まで到達することができる。

このようにして、チャンバー11の内壁およびその周辺部がよくクリーニングされたならば、高周波電力をオフし、クリーニングを終了する。

アラズマCVDチャンバーに堆積した膜が、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{SiON}$ 、 $\text{SiN}$ 等である場合、クリーニングガスとしては $\text{CF}_4$ 、 $\text{SF}_6$ 、 $\text{C}_2\text{F}_6$ 、 $\text{NF}_3$ 等を用いることができる。チャンバー11は、たとえばステンレス製である。

電極22、23は、たとえば、ステンレス、カーボン、コーティングを施したステンレスやカーボン等で形成される。高周波電源15は、たとえば13.56MHzの高周波電源である。

なお、高圧でのクリーニングに引き続き低圧でのクリーニングを行う場合を説明したが、クリーニングガスの圧力変化の様様は、上述のものに限らない。

第3図(B)、(C)の圧力変化を反転させてもよいことは自明であろう。

第3図(D)は上に述べた圧力変化を適宜組み合わせた圧力変化の例を示す。図においては、高圧でのクリーニングC1と低圧でのクリーニングC2との組み合わせを2回繰り返し、中間圧力でのクリーニングC7を統合してクリーニングを終了させた場合を示す。なお、この例に限らず圧力を適当に任意に変化させることは当業者に自明であろう。

なお、本発明の実施例の効果を試すため、従来の技術によるクリーニングと上述の2段階圧力変化によるクリーニングを比較して行った。また、参考のために、高周波電力を増大させた場合、クリーニングガスの流量を増加させた場合のクリーニングも合わせて行った。

アラズマCVDチャンバーとして容積が約1m<sup>3</sup>のものを用い、予備的に $\text{SiN}$ 膜を約5μm堆積させた。この5μm $\text{SiN}$ 膜を $\text{NF}_3$ をクリーニングガスとしてエッティングした。

第3図(A)～(D)はクリーニングガスの圧力変化の様様を示すグラフである。

第3図(A)は、上述した高圧と低圧の2段階切り替え型の圧力変化を示す。なお、高圧でのクリーニングC1と低圧でのC2の順序を反転させてもよい。また、両端にある高圧部分は常圧に開放した状態を示す。

第3図(B)は、3段階以上の多段階切り替え型の圧力変化を示す。図においては、第1に高圧でのクリーニングC3を行い、次に高圧よりも低い中圧でのクリーニングC4を行い、続いて中圧よりもさらに低い低圧でのクリーニングC5を行う。なお、ここでさらに段数を増加してもよいことは自明であろう。

第3図(C)は圧力を連続的に変化させたクリーニングのモードを示す。予備排気後まず高圧の状態にし、プラズマを発生してクリーニングを開始する。その後次第にクリーニングガスの圧力を低下させて、全体がクリーニングされたらクリーニングを終了させる。

まず従来例として、圧力は約0.1Torrに保ったままエッティングを行った。

実施例による方法としては、最初に高圧として圧力1Torrのエッティングを行い、次に、低圧として圧力約0.01Torrのエッティングを行った。なお、この高圧と低圧でのエッティングのエッティング時間は均等にした。

また、第1の参考例として、高周波電力を5割増しにしたエッティングを行った。すなわち、従来例と実施例によるエッティングにおいては、高周波電力は1.0kWで行ったが、高周波電力増大の参考例では、約1.5kWの電力で行った。

第2の参考例として、クリーニングガスの流量を約5割増加させてクリーニングを行った。すなわち、他の場合は、 $\text{NF}_3$ の流量を800SCCMとしたが、この第2の参考例では、1.2SLMで行った。

以上の4つの場合について、厚さ約5μmの $\text{SiN}$ 膜がエッティングされるまでのクリーニングタイムを測定した。その結果を以下に示す。

表

クリーニングタイム	
従来例	30 min
2段階圧力変化	12 min
R F 電力増大	21 min
ガス流量増大	24 min

この表から明らかなように、ガス圧力を変化させることによってクリーニングタイムは半分以下に減少した。この効果は高周波電力増大やガス流量増大の効果を大きく上回るものであった。

なお、クリーニングガスの圧力変化と共に、高周波電力増大やガス流量増大を組み合わせて行うことでもできる。

また、CVD装置のチャンバーのクリーニングを例として説明したが、以上説明したクリーニング方法は、CVD装置以外のたとえばスパッタリ

## 特開平3-170678(5)

ング装置、エッティング装置等のチャンバーのクリーニングにも適用可能である。

以上実施例に沿って説明したが、本発明はこれらに制限されるものではない。たとえば、種々の変更、改良、組み合わせ等が可能なことは当業者に自明であろう。

## 【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、プラズマCVD装置のチャンバーが大容量化し、従来のクリーニングではクリーニング時間が非常に長くなる場合に、クリーニング時間を大きく短縮することができる。

そのため、スループットが増大する。

## 4. 図面の簡単な説明

第1図(A)、(B)は本発明の原理説明図、第2図(A)、(B)は本発明の実施例によるプラズマCVDチャンバーのクリーニング方法を説明するための概略図。

第3図(A)～(D)はクリーニングガスの圧力変化の様子を示すグラフである。

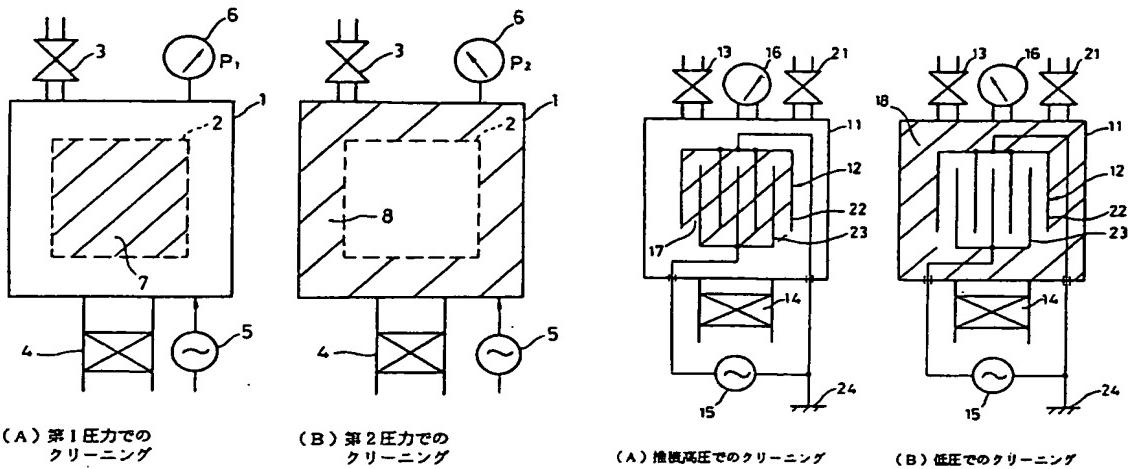
図において、

- |    |             |
|----|-------------|
| 1  | 反応容器(チャンバー) |
| 2  | 内部構造体       |
| 3  | ガス導入手段      |
| 4  | 排気手段        |
| 5  | 電源          |
| 6  | 圧力計         |
| 7  | 第1の圧力でのプラズマ |
| 8  | 第2の圧力でのプラズマ |
| 11 | 反応容器(チャンバー) |
| 12 | 内部構造体       |
| 13 | 第1ガス導入口     |
| 14 | 真空排気系       |
| 15 | 高周波電源       |
| 16 | 真空計         |
| 17 | 高圧でのプラズマ    |
| 18 | 低圧でのプラズマ    |

- |    |         |
|----|---------|
| 21 | 第2ガス導入口 |
| 22 | 接地電極    |
| 23 | 高周波電極   |
| 24 | 接地電位    |

代理人弁理士井桁貞一ほか2名

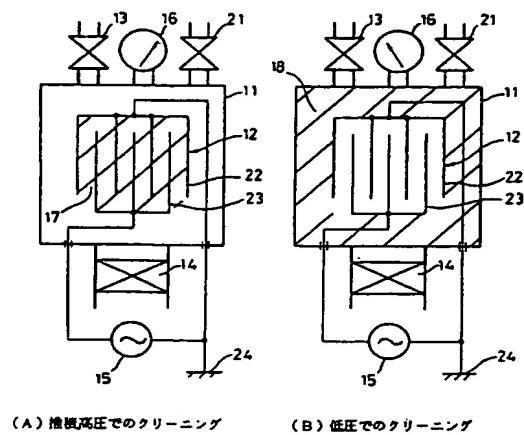
特開平3-170678(6)



1: 反応容器(チャンバー)  
2: 内部構造体  
3: ガス導入手段  
4: 排気手段  
5: 電源  
6: 圧力計  
7: 第1の圧力でのプラズマ  
8: 第2の圧力でのプラズマ

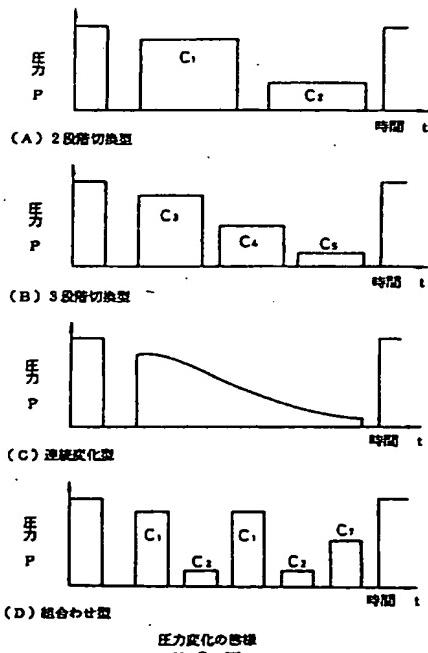
本発明の原理説明図

第1図



11: チャンバー  
12: 内部構造体  
13: 第1ガス導入口  
14: 真空排気系  
15: 高周波電源  
16: 圧力計  
17: 高圧でのプラズマ  
18: 低圧でのプラズマ  
21: 第2ガス導入口  
22: 接地電極  
23: 高周波電極  
24: 接地電位

本発明の実施例  
第2図



圧力変化の様子  
第3図

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.